

## 明 細 書

### 単結晶の製造方法及び単結晶

#### 技術分野

- [0001] 本発明は、チョクラルスキー法による単結晶の製造方法に関し、特に所望の欠陥領域を有する単結晶を製造する方法に関する。

#### 背景技術

- [0002] 半導体デバイスの基板として用いられる単結晶には、例えばシリコン単結晶等があり、主にチョクラルスキー法(Czochralski Method、以下CZ法と略称する)により製造されている。近年、半導体デバイスでは高集積化が促進され、素子の微細化が進んでいる。それに伴い、単結晶の結晶成長中に導入されるグローニン(Grown-in)欠陥の問題がより重要となっている。
- [0003] ここで、グローニン欠陥について図6を参照しながら説明する。
- 一般に、シリコン単結晶を成長させるときに、結晶成長速度 $V$ (結晶引上げ速度)が比較的高速の場合には、空孔型の点欠陥が集合したボイド起因とされているFPD(Flow Pattern Defect)やCOP(Crystal Originated Particle)等のグローニン欠陥が結晶径方向全域に高密度に存在する。これらのボイド起因の欠陥が存在する領域は $V$ (Vacancy)領域と呼ばれている。
- [0004] また、結晶成長速度を低くしていくと成長速度の低下に伴いOSF(酸化誘起積層欠陥、Oxidation Induced Stacking Fault)領域が結晶の周辺からリング状に発生し、さらに成長速度を低速にすると、OSFリングがウエーハの中心に収縮して消滅する。一方、さらに成長速度を低速にすると格子間シリコンが集合した転位ループ起因と考えられているLSEPD(Large Secco Etch Pit Defect)、LFPD(Large Flow Pattern Defect)等の欠陥が低密度に存在し、これらの欠陥が存在する領域は $I$ (Interstitial)領域と呼ばれている。
- [0005] 近年、 $V$ 領域と $I$ 領域の中間でOSFリングの外側に、ボイド起因のFPD、COP等の欠陥も、格子間シリコン起因のLSEPD、LFPD等の欠陥も存在しない領域の存在が

発見されている。この領域はN(ニュートラル、Neutral)領域と呼ばれる。また、このN領域をさらに分類すると、OSFリングの外側に隣接するNv領域(空孔の多い領域)とI領域に隣接するNi領域(格子間シリコンが多い領域)とがあり、Nv領域では、熱酸化処理をした際に酸素析出量が多く、Ni領域では酸素析出が殆ど無いことがわかっている。

[0006] さらに、熱酸化処理後、酸素析出が発生し易いNv領域の一部に、Cuデポジション処理で検出される欠陥が著しく発生する領域(以下、Cuデポ欠陥領域という)があることが見出されており、これは酸化膜耐圧特性のような電気特性を劣化させる原因になることがわかっている。

[0007] これらのグローイン欠陥は、単結晶を成長させるときの引上げ速度 $V$ (mm/min)と固液界面近傍のシリコンの融点から1400℃の間の引上げ軸方向の結晶温度勾配 $G$ (℃/mm)の比である $V/G$ (mm<sup>2</sup>/℃・min)というパラメーターにより、その導入量が決定され则认为られている(例えば、V. V. Voronkov, Journal of Crystal Growth, 59(1982), 625-643参照)。すなわち、 $V/G$ を所定の値で一定に制御しながら単結晶の育成を行うことにより、所望の欠陥領域あるいは所望の無欠陥領域を有する単結晶を製造することが可能となる。

[0008] 例えば特開平11-147786号公報では、シリコン単結晶を育成する際に、結晶中心で $V/G$ 値を所定の範囲内(例えば、0.112-0.142mm<sup>2</sup>/℃・min)に制御して単結晶を引上げることによって、ボイド起因の欠陥及び転位ループ起因の欠陥が存在しないシリコン単結晶ウェーハを得ることができ示されている。また、近年では、Cuデポ欠陥領域を含まないN領域の無欠陥結晶に対する要求が高まりつつあり、 $V/G$ を所望の無欠陥領域に高精度に制御しながら単結晶を引上げる単結晶の製造が要求されてきている。

[0009] 一般的に、引上げ軸方向の結晶温度勾配 $G$ は、単結晶の育成が行われる単結晶引上げ装置のHZ(ホットゾーン:炉内構造)により一義的に決まるものとされていた。しかしながら、単結晶引上げ中にHZを変更することは極めて困難であることから、上記のように $V/G$ を制御して単結晶の育成を行う場合、結晶温度勾配 $G$ を単結晶引上げ中に制御することは行われず、引上げ速度 $V$ を調節することによって $V/G$ 値を

制御して所望の欠陥領域を有する単結晶を製造することが行われている。

- [0010] また、一般に結晶温度勾配 $G$ は単結晶の成長が進むにつれて低下する傾向にあることが知られており、単結晶直胴部の成長開始時より成長終了時の方が小さくなる。したがって、 $V/G$ を所望の値でほぼ一定に制御するためには、単結晶の成長が進むにつれて、引上げ速度 $V$ を結晶温度勾配 $G$ の変化(低下)に合わせて低速となるように変更していかなければならず、その結果、単結晶直胴部の育成にかかる時間が長くなるため生産性が低下するという問題が生じていた。
- [0011] さらに、単結晶直胴部の成長終了時における引上げ速度は、その後単結晶尾部を形成するために行う丸め工程での単結晶の引上げ速度及び引上げ時間に影響を与えている。そのため、上記のように直胴部成長終了時の引上げ速度が低速になると、丸め工程における引上げ速度も低速化して引上げ時間をさらに長引かせてしまうため、単結晶製造における生産性を著しく低下させて製造コストの上昇を招くといった問題があった。
- [0012] また従来では、上述のように引上げ速度 $V$ を調節して $V/G$ を所定の値に制御しながら単結晶の育成を行ったときでも、実際に得られた単結晶の結晶径方向に広がる欠陥領域を単結晶の各部位で検査してみると、結晶成長軸方向の一部の範囲で所望の欠陥領域が径方向全面に分布してない場合があり、単結晶を結晶成長軸方向の全域で径方向全面が所望の欠陥領域となるように安定して育成することができないことがあった。
- [0013] 例えば、単結晶を径方向の全面で $N$ 領域となるように製造するために、単結晶直胴部の成長開始時に $V/G$ が所定の値となるように引き上げ速度 $V$ を設定し、単結晶育成中は結晶温度勾配 $G$ の変化に合わせて引上げ速度 $V$ を漸減させて $V/G$ を所定の値で一定に制御しながら単結晶を育成した場合でも、単結晶直胴部の前半部は径方向全面で $N$ 領域となるものの、単結晶直胴部の中間部や後半部において結晶径方向の一部に $OSF$ 領域や $V$ 領域が観察されたり、または $I$ 領域が観察されたりして、径方向全面が $N$ 領域とならないことがあった。
- [0014] さらに、従来の単結晶の製造では、単結晶の引上げ速度は、育成する単結晶の直径を制御するパラメーターの一つとしても使用されている。そのため、上記のように所

望の欠陥領域で単結晶を育成する場合は、引上げ速度を調節することにより $V/G$ の制御を行うと同時に単結晶の直径制御も行わなければならない。したがって、例えば単結晶の引上げ中に $V/G$ の制御と単結晶の直径制御を行う際に、それぞれの制御で互いに異なる条件で引上げ速度を変更したい場合ではどちらか一方の制御しか行うことができず、その結果、単結晶引上げ中に単結晶直径が大きく変動したり、または欠陥領域等の結晶品質が所望領域から外れてしまい、歩留まりの著しい低下を招いていた。

### 発明の開示

- [0015] そこで、本発明は上記問題点に鑑みてなされたものであって、本発明の目的は、CZ法により単結晶を育成する際に、引上げ速度 $V$ を低速化させずに引上げ中の結晶温度勾配 $G$ の変化を制御することにより $V/G$ を制御して、結晶成長軸方向の全域に渡って結晶径方向全面が所望の欠陥領域となる単結晶を短時間で効率的に、かつ高い歩留まりで製造することのできる単結晶の製造方法を提供することにある。
- [0016] 上記目的を達成するために、本発明によれば、チョクラルスキー法によってチャンバ内で単結晶を原料融液から引上げて製造する方法において、前記単結晶を育成する際に、前記単結晶の直胴部を成長させるときの引上げ速度を $V(\text{mm}/\text{min})$ 、結晶中心部の固液界面近傍の結晶温度勾配を $G_c(^{\circ}\text{C}/\text{mm})$ 、結晶周辺部の固液界面近傍の結晶温度勾配を $G_e(^{\circ}\text{C}/\text{mm})$ で表したとき、前記結晶中心部の結晶温度勾配 $G_c$ 及び結晶周辺部の結晶温度勾配 $G_e$ を前記原料融液の融液面と前記チャンバ内で原料融液面に対向配置された遮熱部材との距離を変更することにより制御して、結晶中心部の温度勾配 $G_c$ と結晶周辺部の温度勾配 $G_e$ との差 $\Delta G = |G_c - G_e|$ が $0.5^{\circ}\text{C}/\text{mm}$ 以下となるようにするとともに、引上げ速度 $V$ と結晶中心部の温度勾配 $G_c$ の比 $V/G_c(\text{mm}^2/^{\circ}\text{C}\cdot\text{min})$ を所望の欠陥領域を有する単結晶が育成できるように制御することを特徴とする単結晶の製造方法が提供される。
- [0017] このように、CZ法によって単結晶を育成する際に、原料融液面と遮熱部材間の距離を変更することによって、結晶中心部の温度勾配 $G_c$ 及び結晶周辺部の温度勾配 $G_e$ を制御することができ、それによって、単結晶引上げ中に $\Delta G$ を $0.5^{\circ}\text{C}/\text{mm}$ 以

下にするるとともに引上げ速度 $V$ を低速化させずに $V/G_c$ を所望値に制御することが可能となり、結晶成長軸方向の全域に渡って所望の欠陥領域が径方向全面に均一に分布する高品質の単結晶を短時間で効率的に製造することができる。そして、このようにして所望の欠陥領域を有する高品質の単結晶を効率的に製造することができれば、単結晶製造における生産性を向上させて、コストの大幅な低減を図ることができる。さらに、このように融液面と遮熱部材間の距離を変更することによって $V/G_c$ を制御すれば、 $V/G_c$ の制御を高精度で行うと同時に引上げ速度による単結晶の直径制御も高精度に安定して行うことが可能となるので、所望の結晶品質及び結晶直径を有する品質の非常に優れた単結晶を高い歩留まりで安定して製造することができる。

[0018] このとき、前記引上げ速度 $V$ を一定の値にして単結晶の引上げを行うことができる。

本発明の単結晶の製造方法によれば、上記のように融液面と遮熱部材間の距離を変更することにより結晶中心部の温度勾配 $G_c$ 及び結晶周辺部の温度勾配 $G_e$ を制御できるので、引上げ速度 $V$ を一定の値にして単結晶の引上げを行っても、 $V/G_c$ を所望欠陥領域の単結晶が育成できるように容易に制御することができる。したがって、引上げ速度 $V$ を高速で一定に保ったまま、結晶成長軸方向で同じ欠陥領域を有する単結晶を容易に引上げることができる。尚、本発明で言う引上げ速度 $V$ を一定の値にするとは、単結晶直胴部の各結晶部位におけるそれぞれの平均引上げ速度を一定にすることを意味するものであり、単結晶の各結晶部位における平均引上げ速度が一定の値となれば、単結晶の直径を所定値に精度良く制御するために、各結晶部位で平均引上げ速度に対して所定範囲内で $V$ を変動させることができるものである。

[0019] この場合、前記 $V/G_c$ を、前記育成する単結晶の欠陥領域が径方向の全面にわたって $N$ 領域となるように制御することが好ましい。

このように、単結晶育成中に $V/G_c$ を単結晶の欠陥領域が径方向全面で $N$ 領域となるように制御することによって、FPDやCOP等のボイド起因の欠陥も、またLSEPD、LFPD等の転位ループ起因の欠陥も存在しない非常に高品質の単結晶を高生産性、高歩留まりで製造することができる。

[0020] また、本発明の単結晶の製造方法では、前記原料融液面と遮熱部材との距離を、前記原料融液を収容したルツボの上昇速度を調節して原料融液面の高さを昇降させる及び／または前記遮熱部材の位置を上下に移動させることによって変更することができる。

[0021] 本発明では、単結晶を育成する際に、原料融液を収容したルツボの上昇速度を調節して原料融液面の高さを昇降させる及び／または遮熱部材の位置を上下に移動させることによって、原料融液面と遮熱部材との距離を容易にまた高精度で変更させることができるため、結晶引上げ中に $\Delta G$ が確実に $0.5^{\circ}\text{C}/\text{mm}$ 以下となるようにするとともに $V/G_c$ を所望値に高精度に制御することができる。

[0022] この場合、前記原料融液面と遮熱部材との距離を30mm以上とすることが好ましい。

このように原料融液面と遮熱部材との距離を30mm以上とすれば、結晶引上げ中に $\Delta G$ を容易に $0.5^{\circ}\text{C}/\text{mm}$ 以下にすることができ、所望の欠陥領域が径方向全面に均一に分布する単結晶を非常に安定して育成することができる。

[0023] さらに、本発明では、前記原料融液面と遮熱部材との距離を、予め試験を行って求めた変更条件に従って自動的に変更することが好ましい。

このように、融液面と遮熱部材間の距離を変更して結晶中心部の温度勾配 $G_c$ 及び結晶周辺部の温度勾配 $G_e$ を制御する際に、実際に単結晶の製造が行われる製造環境での融液面から遮熱部材までの距離と結晶温度勾配 $G_c$ 、 $G_e$ との関係を予めシミュレーション解析、あるいは実生産等の試験を行って明らかにし、そこで得られた情報を基に融液面と遮熱部材間の距離を変更する変更条件を求めておく。そして、その求めた変更条件に従って単結晶引上げ中に融液面と遮熱部材間の距離を自動的に変更することによって、結晶温度勾配 $G_c$ 、 $G_e$ を高精度に自動制御して $\Delta G$ を確実に $0.5^{\circ}\text{C}/\text{mm}$ とするとともに $V/G_c$ を容易に所望値に制御することが可能となるので、成長軸方向全域で径方向全面が所望欠陥領域となる単結晶を非常に安定して製造することができる。

[0024] また、前記原料融液面と遮熱部材との距離を変更する変更条件を、単結晶の製造バッチ間で調節することが好ましい。

通常、単結晶の製造を複数バッチ繰り返して行くと、単結晶引上げ装置でHZを構成するパーツの劣化等の原因により、単結晶の製造バッチ間で製造環境が変化してしまう場合がある。しかしながら、本発明のように融液面と遮熱部材間の距離を変更する変更条件を単結晶の製造バッチ間で調節することによって、製造環境の変化を補正することが可能となり、単結晶の製造を複数バッチ繰り返し行っても製造バッチ間で品質のバラツキが生じずに非常に安定して単結晶の製造を行うことができる。

[0025] この場合、前記製造する単結晶をシリコン単結晶とすることができる。

このように、本発明の単結晶の製造方法は、シリコン単結晶を製造する場合に特に好適に用いることができ、それにより、成長軸方向全域で所望の欠陥領域を径方向全面に有する高品質のシリコン単結晶を短時間で効率的に、また高い歩留まりで製造することができる。

[0026] そして、本発明によれば、前記単結晶の製造方法により製造された単結晶が提供される。

本発明により製造された単結晶は、成長軸方向全域で径方向全面に所望の欠陥領域を有し、結晶直径も均一な非常に高品質の単結晶とすることができる。さらに、本発明の単結晶は、短時間で効率的にまた高歩留まりで製造されたものであるので、従来に比べて安価なものとなる。

[0027] 以上説明したように、本発明によれば、単結晶を引上げる際に原料融液面と遮熱部材との距離を変更することによって、結晶中心部の温度勾配 $G_c$ 及び結晶周辺部の温度勾配 $G_e$ を制御することができ、それによって、単結晶引上げ中に $\Delta G$ を $0.5^\circ\text{C}/\text{mm}$ 以下にするとともに引上げ速度 $V$ に依らずに $V/G_c$ を高精度に制御することが可能となる。したがって、結晶成長軸方向全域に渡って所望欠陥領域を径方向全面に有する品質の優れた単結晶を短時間で効率的に製造することができるし、また単結晶の直径のバラツキも低減できるので、単結晶の製造における生産性や歩留まりを向上させて大幅なコストダウンを達成することが可能となり、非常に高品質の単結晶を安価に提供することができる。

図面の簡単な説明

[0028] [図1]原料融液面と遮熱部材間の距離 $L$ と結晶中心部の温度勾配 $G_c$ との関係、及び原料融液面と遮熱部材間の距離 $L$ と結晶周辺部の温度勾配 $G_e$ との関係の例を示すグラフである。

[図2]原料融液面と遮熱部材間の距離 $L$ と、結晶温度勾配 $G_c$ と $G_e$ の差である( $G_c - G_e$ )の値との関係を示すグラフである。

[図3]実施例及び比較例において単結晶を育成するときの単結晶直胴部の成長軸方向の長さ $L$ と原料融液面と遮熱部材間の距離 $L$ との関係を示したグラフである。

[図4]実施例及び比較例において単結晶を育成するときの単結晶直胴部の成長軸方向の長さ $L$ と引上げ速度 $V$ との関係を示したグラフである。

[図5]本発明の単結晶の製造方法を実施する際に使用することのできる単結晶引上げ装置の一例を説明する構成概略図である。

[図6] $V/G$ と結晶欠陥分布の関係を表す説明図である。

#### 発明を実施するための最良の形態

[0029] 以下、本発明について実施の形態を説明するが、本発明はこれらに限定されるものではない。

本発明者等は、結晶成長軸方向全域にわたって結晶径方向全面が所望の欠陥領域となる単結晶を短時間で効率的に製造する方法について鋭意実験及び検討を重ねた。その結果、単結晶を径方向全面が所望の欠陥領域となるように安定して育成するためには単結晶育成中に径方向面内における結晶温度勾配の差を小さくすれば良いと考え、また所望の欠陥領域を有する単結晶を短時間で効率的に育成するためには $V/G$ の制御を引上げ速度を低速化させずに結晶温度勾配 $G$ を制御することにより行えば良いと考えた。そこで本発明者等は、単結晶を引上げる際の原料融液の融液面とチャンバ内に原料融液面と対向するように設けられた遮熱部材との距離に注目した。

[0030] 従来のCZ法による単結晶の育成では、所望の欠陥領域を有する単結晶を安定して引上げるために、単結晶引上げ中に原料融液の減少に伴いルツボを徐々に上昇させることによって原料融液の融液面を一定の高さに維持しながら引上げ速度 $V$ を徐々に低速化させて育成を行っていた。また、原料融液面に対向するように設置されて



いる遮熱部材は単結晶引上げ装置のチャンバ内で固定されていたため、単結晶の育成中に遮熱部材の位置を変化させることはなかった。そのため、従来では、単結晶を育成する際に原料融液面と遮熱部材間の距離が変化することではなく、むしろ一定の大きさとなるように維持されていた。

[0031] しかしながら、本発明者等は、この原料融液面と遮熱部材間の距離を単結晶引上げ中に故意に変化させることによって、固液界面近傍のシリコンの融点から1400℃の間の引上げ軸方向における結晶中心部での結晶温度勾配 $G_c$ 及び結晶周辺部での結晶温度勾配 $G_e$ を制御できることを見出し、さらにこれらの結晶温度勾配 $G_c$ 、 $G_e$ の制御によって、単結晶引上げ中に結晶中心部の温度勾配 $G_c$ と結晶周辺部の温度勾配 $G_e$ との差 $\Delta G$ （すなわち、 $\Delta G = |G_c - G_e|$ ）を小さく維持することが可能であること、またそれと同時に単結晶引上げ中に引上げ速度 $V$ を低速に変更させずに $V/G$ の制御が可能であることを見出した。

[0032] ここで、総合伝熱解析ソフトFEMAG (F. Dupret, P. Nicodeme, Y. Ryckmans, P. Wouters, and M. J. Crochet, Int. J. Heat Mass Transfer, 33, 1849 (1990))を用いて、単結晶の引上げ中に原料融液の融液面とチャンバ内に設けた遮熱部材間の距離 $L$ を変化させたときの引上げ軸方向における結晶中心部の温度勾配 $G_c$ 及び結晶周辺部の温度勾配 $G_e$ の変化についてシミュレーション解析した結果の例を図1に示す。またこの図1の結果に基づいて、単結晶引上げ中に原料融液面と遮熱部材間の距離 $L$ を変化させたときの結晶中心部の温度勾配 $G_c$ と結晶周辺部の温度勾配 $G_e$ との差である $(G_c - G_e)$ の値の変化について解析した結果を図2に示す。

[0033] 図1及び図2に示したように、シミュレーション解析の結果、原料融液面と遮熱部材間の距離 $L$ を変化させることによって結晶中心部の温度勾配 $G_c$ 及び結晶周辺部の温度勾配 $G_e$ が変化することが明らかとなり、例えば単結晶引上げ中に原料融液面と遮熱部材間の距離 $L$ を拡大させれば、結晶温度勾配 $G_c$ 、 $G_e$ を小さくすることができ、また一方上記距離 $L$ を縮小させれば結晶温度勾配 $G_c$ 、 $G_e$ を大きくできることがわかった。また、原料融液面と遮熱部材間の距離 $L$ に対する結晶温度勾配 $G_c$ 、 $G_e$ の変化の割合が互いに異なるために、 $G_c$ と $G_e$ の差である $(G_c - G_e)$ の値も距離 $L$ に依

じて変化することが明らかとなった。

[0034] さらに、本発明者等は、種々の結晶引上げ条件で単結晶の育成を行って、単結晶引上げ中の $\Delta G (= |(G_c - G_e)|)$ の大きさと育成した単結晶の欠陥領域の分布との関係について調査した。その結果、例えば単結晶引上げ中に引上げ速度 $V$ と結晶中心部の温度勾配 $G_c$ の比 $V/G_c$ を所望の欠陥領域を有する単結晶が育成できるように制御したときに、 $\Delta G$ が $0.5^\circ\text{C}/\text{mm}$ 以下となれば、単結晶を径方向全面がその所望欠陥領域となるように安定して育成できることがわかった。

[0035] 本発明は、上記のような単結晶引上げ中の原料融液面から遮熱部材までの距離 $L$ と結晶温度勾配 $G_c$ 、 $G_e$ 及び $\Delta G$ との関係を利用したものである。

すなわち、本発明の単結晶の製造方法は、CZ法によって単結晶を育成する際に、原料融液の融液面と原料融液面に対向配置された遮熱部材との距離 $L$ を変更することによって、単結晶の径方向面内の中心部における結晶温度勾配 $G_c$ 及び径方向面内の周辺部における結晶温度勾配 $G_e$ を制御して、 $\Delta G = |(G_c - G_e)|$ が $0.5^\circ\text{C}/\text{mm}$ 以下となるようにするとともに $V/G_c$ を所望欠陥領域に制御することに特徴を有するものである。尚、本発明で言う $\Delta G$ は、例えば、単結晶の径方向面内の中心部における結晶温度勾配 $G_c$ と、径方向面内の周辺部端面から中心方向へ5mmの位置における結晶温度勾配 $G_e$ との差とすることができる。

[0036] 以下、本発明の単結晶の製造方法について図面を参照しながら詳細に説明するが、本発明はこれに限定されるものではない。

本発明の単結晶の製造方法で用いられる単結晶引上げ装置は、単結晶の引上げ中に原料融液の融液面とチャンバ内で原料融液面に対向して配置された遮熱部材間の距離 $L$ の大きさを変更できるものであれば特に限定されないが、例えば図5に示すような単結晶引上げ装置を用いることができる。まず、図5を参照しながら、本発明の単結晶の製造方法を実施する際に使用することのできる単結晶引上げ装置について説明する。

[0037] 図5に示した単結晶引上げ装置20は、メインチャンバ1内に、原料融液4を収容する石英ルツボ5と、この石英ルツボ5を保護する黒鉛ルツボ6とがルツボ駆動機構21によって回転・昇降自在に保持軸13で支持されており、またこれらのルツボ5、6を取

り囲むように加熱ヒーター7と断熱材8が配置されている。メインチャンバ1の上部には育成した単結晶3を收容し、取り出すための引上げチャンバ2が接続されており、引上げチャンバ2の上部には単結晶3をワイヤー14で回転させながら引上げる引上げ機構17が設けられている。

[0038] さらに、メインチャンバ1の内部にはガス整流筒11が設けられており、このガス整流筒11の下部には原料融液4と対向するように遮熱部材12を設置して、原料融液4の表面からの輻射をカットするとともに原料融液4の表面を保温するようにしている。また、ガス整流筒11の上部には、ガス整流筒11を昇降させて遮熱部材12の位置を上下に調節できる遮熱部材駆動手段22が設置されている。尚、本発明において、遮熱部材12の形状や材質等は特に限定されるものではなく、必要に応じて適宜変更することができる。さらに、本発明の遮熱部材12は、融液面に対向配置されたものであれば良く、必ずしも上記のようにガス整流筒の下部に設置されているものに限定されない。

[0039] また、引上げチャンバ2の上部に設けられたガス導入口10からはアルゴンガス等の不活性ガスを導入でき、引上げ中の単結晶3とガス整流筒11との間を通過させた後、遮熱部材12と原料融液4の融液面との間を通過させ、ガス流出口9から排出することができる。

[0040] さらに、上記のルツボ駆動機構21及び遮熱部材駆動手段22はそれぞれ駆動制御手段18に接続されている。そして、例えばこの駆動制御手段18に、ルツボ5、6の位置、遮熱部材12の位置、CCDカメラ19で測定した原料融液4の融液面の位置、引上げ機構17から得られる単結晶の引上げ長さ等の情報がフィードバックされることにより、駆動制御手段18で例えば単結晶の引上げ長さ等に応じてルツボ駆動機構21及び／または遮熱部材駆動手段22を調節してルツボ5、6の位置及び／または遮熱部材12の位置を変えることができ、それによって、原料融液4の融液面から遮熱部材12の下端までの距離Lを変更することができるようになっている。

[0041] このような単結晶引上げ装置20を用いて、CZ法により例えばシリコン単結晶を育成する場合、種ホルダー15に固定された種結晶16を石英ルツボ5中の原料融液4に浸漬し、その後回転させながら静かに引上げて種絞りを形成した後所望の直径ま

で拡張し、略円柱形状の直胴部を有するシリコン単結晶3を成長させることができる。

[0042] 本発明は、このようにしてシリコン単結晶3を育成する際に、石英ルツボ5中の原料融液4の融液面と遮熱部材12の下端との距離Lを変更することにより固液界面近傍の引上げ軸方向における結晶中心部の温度勾配 $G_c$ 及び結晶周辺部の温度勾配 $G_e$ を制御することができ、それによって、単結晶引上げ中に $G_c$ と $G_e$ との差 $\Delta G$ を常に $0.5^\circ\text{C}/\text{mm}$ 以下となるようにするとともに、引上げ速度 $V$ を低速化させずに一定の値に維持しながら $V/G_c$ を制御して、結晶成長軸方向全域に渡って径方向面内全体が所望の欠陥領域となる単結晶を短時間で効率的に育成することができるものである。

[0043] 具体的に説明すると、例えばシリコン単結晶を欠陥領域が径方向の全面にわたってN領域となるように育成する場合、先ず単結晶直胴部の育成を開始する際に、結晶中心部の温度勾配 $G_c$ と結晶周辺部の温度勾配 $G_e$ との差 $\Delta G$ が $0.5^\circ\text{C}/\text{mm}$ 以下となるように、原料融液面から遮熱部材下端までの距離Lを設定する。原料融液面と遮熱部材間の距離Lは、原料融液4を収容している石英ルツボ5及び黒鉛ルツボ6の位置をルツボ駆動機構21で変化させて原料融液面の高さを上下に調節する及び／または遮熱部材駆動手段22でガス整流筒11を昇降させて遮熱部材12の位置を上下に移動させることによって、容易に調節することができる。

[0044] このとき、上記のように原料融液面と遮熱部材間の距離Lの設定を行うとともに、単結晶を育成する際の結晶の引上げ速度 $V$ を、単結晶の直胴部をN領域で育成できるように単結晶製造が行われる製造環境(例えば、単結晶引上げ装置のHZ等)に応じて設定する。この場合、引上げ速度 $V$ は、単結晶をN領域で育成できる範囲の最大値に設定することができる。

[0045] そして、このように設定した引上げ速度 $V$ で単結晶直胴部の育成を行うときに、そのまま直胴部を引上げた場合に結晶中心部の温度勾配 $G_c$ が小さくなる領域では原料融液面と遮熱部材間の距離Lを縮小させるように変更し、また逆に結晶中心部の温度勾配 $G_c$ が大きくなる領域では上記距離Lを拡大させるように変更して単結晶を育成することによって、単結晶引上げ中に結晶中心部の温度勾配 $G_c$ 及び結晶周辺部の温度勾配 $G_e$ を制御することができ、それによって、引上げ速度 $V$ に依らずに $V/G$

cを所定値(N領域)に制御することが可能となる。

- [0046] このとき、原料融液面と遮熱部材間の距離Lを変更することによって、上記のようにV/Gcを制御すると同時に結晶温度勾配GcとGeとの差 $\Delta G$ が常に $0.5^{\circ}\text{C}/\text{mm}$ 以下となるようにする。このように、単結晶引上げ中に $\Delta G$ を $0.5^{\circ}\text{C}/\text{mm}$ 以下に維持するとともにV/Gcを所定値に制御することによって、所望の欠陥領域が結晶軸方向及び結晶径方向全面に均一に分布する単結晶を安定して育成することができる。
- [0047] この場合、単結晶引上げ中の原料融液面と遮熱部材間の距離Lは、ルツボ駆動機構21で石英ルツボ5及び黒鉛ルツボ6の上昇速度を結晶成長による融液面低下分と異なる速度として調節することによって原料融液面の高さを結晶成長軸方向で昇降させたり、また遮熱部材駆動手段22でガス整流筒11を昇降させて遮熱部材12の位置を上下に移動させたり、さらに原料融液面の高さと遮熱部材12の位置を同時に調節することによって、容易にまた高精度で変更させることができる。
- [0048] すなわち、例えば原料融液面と遮熱部材間の距離Lを縮小させるように変更する場合であれば、ルツボ駆動機構21でルツボの上昇速度を速めてルツボ5、6を結晶成長による融液面低下分より大きく押し上げることによって原料融液面の高さを上昇させたり、及び／または、遮熱部材駆動手段22でガス整流筒11を下降させて遮熱部材12の位置を下方に移動させたりすれば良い。また一方、距離Lを拡大させるように変更する場合は、ルツボ駆動機構21で結晶成長による融液面低下分より小さくルツボ5、6を押し上げることによって融液面の高さを下降させたり、及び／または、遮熱部材駆動手段22で遮熱部材12の位置を上方に移動させたりすれば良い。
- [0049] この場合、単結晶引上げ中に変更する原料融液面と遮熱部材12間の距離Lの制御範囲は、実際に製造が行われる製造環境、例えばHZの構造等に応じて適宜設定することができるが、上記のように $\Delta G$ を $0.5^{\circ}\text{C}/\text{mm}$ 以下にするためには、原料融液面と遮熱部材間の距離Lが少なくとも30mm以上となるようにすることが好ましい。このように融液面と遮熱部材間の距離Lを30mm以上にするにより、加熱ヒーターからの放射熱を単結晶引上げ中に効率的に取り入れて結晶中心部の温度勾配Gcと結晶周辺部の温度勾配Geとの差 $\Delta G$ を $0.5^{\circ}\text{C}/\text{mm}$ 以下に小さくし易くすることができ、結晶径方向の欠陥分布の均一化を図ることができる。

- [0050] また、原料融液面と遮熱部材間の距離 $L$ の上限についても、 $\Delta G$ を $0.5^{\circ}\text{C}/\text{mm}$ 以下にすることができれば、単結晶の製造環境や育成する単結晶の直径等に応じて適宜設定することができるが、例えば原料融液面と遮熱部材間の距離 $L$ を $300\text{mm}$ 以下、好ましくは $200\text{mm}$ 以下、さらに好ましくは $100\text{mm}$ 以下にすることが望ましい。
- [0051] 単結晶の引上げ中にこのような制御範囲で原料融液面と遮熱部材間の距離 $L$ を制御・変更することにより、 $\Delta G$ を容易に $0.5^{\circ}\text{C}/\text{mm}$ 以下にすることができるとともに $V/G_c$ を所定値に非常に高精度に安定して制御することができるので、単結晶を結晶成長軸方向全域に渡って径方向全面が所望欠陥領域となるように安定して育成することができる。
- [0052] このように、本発明によれば、単結晶引上げ中に原料融液面と遮熱部材間の距離 $L$ を変更して結晶中心部の温度勾配 $G_c$ 及び結晶周辺部の温度勾配 $G_e$ を制御することによって、 $\Delta G$ を $0.5^{\circ}\text{C}/\text{mm}$ 以下に維持するとともに、引上げ速度 $V$ を従来のように低速化させることなく所定の値以上に、特にはその欠陥領域となる最大引上げ速度で一定に維持したまま、所望の欠陥領域、例えば $N$ 領域を有する単結晶が得られるように $V/G_c$ を容易に制御することができる。もちろん、本発明は融液面と遮熱部材間の距離 $L$ を変化させることにより結晶温度勾配 $G_c$ 及び $G_e$ を制御して所望欠陥領域で単結晶を成長させるのであれば、引上げ速度 $V$ は必ずしも一定の値にする必要はないが、上記のように所望欠陥領域となる引上げ速度の最大値で一定になるようにすれば、単結晶の生産性を大幅に向上させることができる。
- [0053] すなわち、本発明の単結晶の製造方法は、結晶成長軸方向全域に渡って径方向全面が所望の欠陥領域、例えば $N$ 領域となる単結晶を安定して育成することができるし、また単結晶直胴部を引上げる際の平均結晶引上げ速度を向上できるので、従来よりも単結晶直胴部の育成を短時間で行うことができ、さらに単結晶直胴部の成長終了時の引上げ速度が低速にならないので、その後の丸め工程における引上げ時間も短縮することができる。したがって、結晶成長軸方向全域に渡って所望欠陥領域を径方向全面に有する高品質の単結晶を高い生産性で非常に安定して製造することができる。また、製造時間が短縮されることにより、結晶が有転位化する可能性も低減し、生産性だけでなく、歩留りをも向上させることができる。その結果、単結晶の品

質向上と大幅なコストダウンを図ることが可能となり、優れた品質を安定して有する単結晶を非常に安価に提供することができる。

[0054] また、本発明は、前述した結晶引上げ速度と単結晶の直径制御に関する従来の問題を解消することができる。すなわち、本発明の単結晶の製造方法では、上記のように引上げ速度 $V$ に依らずに $V/G_c$ を所定値に制御できるため、融液面と遮熱部材間の距離 $L$ を変更して $V/G_c$ の制御を高精度で行うと同時に平均引上げ速度を例えば一定にすることにより単結晶の直径を安定して制御することが可能となる。したがって、結晶成長軸方向で単結晶の直径のバラツキを低減して不良の発生を防止することができ、所望の結晶品質及び均一な結晶直径を有する非常に高品質の単結晶を高歩留まりで製造することができる。

[0055] さらに、単結晶を所望欠陥領域で育成する際に、引上げ速度 $V$ を調節するのではなく、本発明のように結晶温度勾配 $G_c$ 及び $G_e$ を制御することによって、パラメーター $V/G$ の制御性を向上させることができる。そのため、例えば図6に示すような、Cuデポ欠陥領域を含まないN領域中の $N_v$ 領域やNi領域といった狭い領域に $V/G_c$ を高精度に制御して単結晶を製造することが可能となり、従来では育成が困難であった $N_v$ 領域またはNi領域を成長軸方向全域で径方向全面に有するような高品質の単結晶を非常に安定して得ることができる。

[0056] また、このような本発明の単結晶の製造方法では、予め、単結晶の製造を行う製造環境において結晶温度勾配 $G_c$ 、 $G_e$ の状態や、結晶温度勾配 $G_c$ 、 $G_e$ と融液面から遮熱部材までの距離 $L$ との関係等を例えばシミュレーション解析、あるいは実測等の試験を行って調べておくことによって、単結晶引上げ中に融液面と遮熱部材間の距離 $L$ を変更させる変更条件を詳細に求めることができる。

[0057] そして、このようにして求めた距離 $L$ の変更条件を図5に示した駆動制御手段18に入力しておき、単結晶を育成する際に例えばルツボ5、6の位置、遮熱部材12の位置、CCDカメラ19で測定した原料融液4の融液面の位置、引上げ機構17から得られる単結晶の引上げ長さ等の情報が駆動制御手段18にフィードバックされることにより、変更条件に従って駆動制御手段18でルツボ駆動機構21及び／または遮熱部材駆動手段22を調節してルツボ5、6の位置及び／または遮熱部材12の位置を変える

ことができ、それによって、原料融液面と遮熱部材間の距離 $L$ を単結晶の引上げ長さ等に応じて自動的に変更して結晶温度勾配 $G_c$ 、 $G_e$ を高精度に制御することができる。したがって、単結晶引き上げ中に、 $\Delta G$ を確実に $0.5^\circ\text{C}/\text{mm}$ 以下にするとともに $V/G_c$ の制御を自動で高精度に行うことが可能となり、所望の欠陥領域を径方向全面に有する単結晶を容易に、また非常に安定して製造することができる。

- [0058] さらに、本発明の単結晶の製造方法において、CZ法により単結晶を複数バッチ連続して製造する場合、原料融液面と遮熱部材間の距離 $L$ を変更する変更条件を単結晶の製造バッチ間で調節することが好ましい。

通常、単結晶の製造を複数バッチ繰り返して行くと、単結晶引上げ装置でHZを構成するパーツの劣化等の原因により、単結晶の製造バッチ間でHZ等の製造環境が変化してしまうことがある。特に、HZのパーツは黒鉛製のものが多く用いられ、その中でもヒーターは通常黒鉛ヒーターであることが多く、使用により徐々に温度分布が変化する。そして、このように単結晶の製造バッチ間で製造環境が変化すると、結晶中心部の温度勾配 $G_c$ 及び結晶周辺部の温度勾配 $G_e$ も製造バッチ間で変化することになる。

- [0059] したがって、単結晶を複数バッチ製造する場合、上記のように原料融液面と遮熱部材間の距離 $L$ の変更条件を単結晶の製造バッチ間で製造環境の変化等に応じて調節することによって、製造環境の変化を補正することが可能となり、製造バッチ間で品質のバラツキを生じさせずに高品質の単結晶を非常に安定して製造することができる。具体的には、前バッチにおける融液面と遮熱部材間の距離 $L$ と欠陥分布の関係をフィードバックして、次バッチ以降の製造条件を調整すれば良い。

- [0060] 以下、実施例及び比較例を示して本発明をより具体的に説明するが、本発明はこれらに限定されるものではない。

#### (実施例)

図5に示した単結晶引上げ装置20を用いて、直径24インチ(600mm)の石英ルツボに原料多結晶シリコンを150kgチャージし、CZ法により、方位 $\langle 100 \rangle$ 、直径200



mm、酸素濃度が22〜23ppma (ASTM'79)となるシリコン単結晶を育成した(単結晶直胴部の長さは約120cm)。

- [0061] このとき、単結晶引上げ中の引上げ条件については、予めシミュレーション解析を行って結晶中心部の温度勾配 $G_c$ 及び結晶周辺部の温度勾配 $G_e$ を調べておき、その解析の結果に基づいて、単結晶引上げ中に原料融液4の融液面と遮熱部材12間の距離 $L$ 及び引上げ速度が以下の表1に示した値となるように引上げ条件を制御して、 $\Delta G$ が $0.5^\circ\text{C}/\text{mm}$ 以下となるようにしてCuデポジション欠陥が検出されないN領域で単結晶の育成を行った。具体的には、遮熱部材12をメインチャンバ1内で所定の位置で保持しておき、単結晶引上げ中にルツボ駆動機構21でルツボ5、6の上昇速度を融液面低下分を考慮して調節することによって原料融液面の高さを単結晶の引上げ長さに応じて昇降させて、融液面と遮熱部材間の距離 $L$ が表1に示した値となるようにした。また、単結晶の引上げ速度は、単結晶直胴部の10cm以降において $0.56\text{mm}/\text{min}$ で一定となるように制御した。尚、直胴部0cmでの引上げ速度が高速であるのは、拡張部から直胴部に入るためのいわゆる肩部の引上げであるためで、肩部を形成することで直胴部の引上げに移行し、10cm以内に引上げ速度を安定化させることができる。

- [0062] [表1]

育成した直胴部の長さ(cm)	原料融液面と遮熱部材間の距離L(mm)	引上げ速度(mm/min)	$\Delta G$ (※) (°C/mm)
0	60.0	1.200	
10	60.0	0.560	0.01
20	58.8	0.560	0.01
30	56.3	0.560	0.01
40	57.5	0.560	0.01
50	58.8	0.560	0.01
60	60.0	0.560	0.01
70	60.0	0.560	0.01
80	60.0	0.560	0.01
90	60.0	0.560	0.01
100	58.8	0.560	0.01
110	57.5	0.560	0.01
120	56.3	0.560	0.01

※  $\Delta G = G_e - G_c$

[0063] 次に、上記のようにして育成した単結晶の成長軸方向10cm毎の部位から検査用のウェーハを切り出した後、平面研削及び研磨を行って検査用のサンプルを作製し、以下に示すような結晶品質特性の検査を行った。

[0064] (1) FPD (V領域) 及び LSEPD (I領域) の検査

検査用のサンプルに30分間のセコエッチングを無攪拌で施した後、ウェーハ面内を顕微鏡で観察することにより結晶欠陥の有無を確認した。

(2) OSF の検査

検査用のサンプルにウェット酸素雰囲気下、1100°Cで100分間の熱処理を行った後、ウェーハ面内を顕微鏡で観察することによりOSFの有無を確認した。

(3) Cuデポジション処理による欠陥の検査

検査用のサンプルの表面に酸化膜を形成した後、Cuデポジション処理を行って酸化膜欠陥の有無を確認した。その際の評価条件は以下の通りである。

酸化膜: 25nm

電解強度: 6MV/cm

電圧印加時間: 5分間

(4) 酸化膜耐圧特性の検査

検査用のサンプルに乾燥雰囲気中で熱酸化処理を行って25nmのゲート酸化膜を形成し、その上に $8\text{mm}^2$ の電極面積を有するリンをドーピングしたポリシリコン電極を形成した。そして、この酸化膜上に形成したポリシリコン電極に電圧を印加して酸化膜耐圧の評価を行った。このとき、判定電流は $1\text{mA}/\text{cm}^2$ とした。

[0065] (比較例)

上記実施例と同様の単結晶引き上げ装置20を用いて、直径24インチ(600mm)の石英ルツボに原料多結晶シリコンを150kgチャージし、CZ法により、方位 $\langle 100 \rangle$ 、直径200mm、酸素濃度が22〜23ppma (ASTM'79)となるシリコン単結晶を育成した(単結晶直胴部の長さは約120cm)。

[0066] このとき、単結晶引き上げ中の引き上げ条件については、遮熱部材12をメインチャンバ1内で所定の位置で保持しておくとともに、単結晶引き上げ中にルツボ駆動機構21でルツボ5、6を結晶成長による融液面低下分だけ上昇させて原料融液4の融液面を一定の高さに維持することによって、融液面と遮熱部材間の距離Lが単結晶引き上げ中に常に60mmで一定になるようにした。また、引き上げ速度は、単結晶育成中に以下の表2に示した値となるように制御して、Cuデポジション欠陥が検出されないN領域で単結晶の育成を行った。

そして、得られた単結晶の成長軸方向10cm毎の部位から検査用のウェーハを切り出した後、平面研削及び研磨を行って検査用のサンプルを作製し、実施例と同様の結晶品質特性の検査を行った。

[0067] [表2]

育成した直胴部の長さ(cm)	原料融液面と遮熱部材間の距離L(mm)	引上げ速度(mm/min)	$\Delta G$ (※) (°C/mm)
0	60.0	1.200	
10	60.0	0.550	-0.34
20	60.0	0.545	-0.42
30	60.0	0.535	-0.60
40	60.0	0.540	-0.52
50	60.0	0.545	-0.42
60	60.0	0.550	-0.34
70	60.0	0.550	-0.34
80	60.0	0.550	-0.34
90	60.0	0.550	-0.34
100	60.0	0.545	-0.42
110	60.0	0.540	-0.52
120	60.0	0.535	-0.60

※  $\Delta G = G_e - G_c$

[0068] ここで、実施例及び比較例における単結晶の引上げ条件を比較するために、図3に、単結晶直胴部の結晶成長軸方向の長さ $L$ と原料融液面と遮熱部材間の距離 $L$ との関係を表すグラフを示し、また図4に、直胴部の結晶成長軸方向の長さ $L$ と引上げ速度との関係を表すグラフを示す。さらに、実施例及び比較例において単結晶直胴部を育成したときの直胴部10cm以降での平均引上げ速度を計算して比較したところ、実施例の平均引上げ速度は比較例よりも0.015mm/min程度大きかった。

[0069] また、上記のようにして実施例及び比較例で作製したシリコン単結晶にそれぞれ結晶品質特性の検査を行った結果、実施例のシリコン単結晶は単結晶直胴部10cmから直胴部終端までの領域において、FPD、LSEPD、OSFの何れの欠陥も検出されず、またCuデポジション処理による欠陥も観察されなかったが、比較例のシリコン単結晶では、単結晶直胴部100cmから作製したサンプルの一部にLSEPD (I領域) が観察された。一方、酸化膜耐圧特性の評価では、両シリコン単結晶とも酸化膜耐圧レベルは100%の良品率であった。

[0070] さらに、実施例及び比較例でシリコン単結晶を育成したときの単結晶直胴部の形状を目視にて観察したところ、実施例のシリコン単結晶には結晶成長軸方向で直径のバラツキは見られず不良となる箇所は確認されなかったが、比較例のシリコン単結晶

には直胴部25cm付近の領域で結晶形状に変形が見られた。

[0071] 以上の結果より、引上げ速度を一定の値にして単結晶を育成した実施例は、比較例と比べて、より優れた結晶品質を有するシリコン単結晶をより短い時間で効率的に製造できることがわかった。また、歩留まりの点においても、実施例のシリコン単結晶に不良箇所が観察されなかったことから、比較例に対して同等以上の高い歩留まりを達成できることが確認できた。

[0072] なお、本発明は、上記実施形態に限定されるものではない。上記実施形態は、例示であり、本発明の特許請求の範囲に記載された技術的思想と実質的に同一な構成を有し、同様な作用効果を奏するものは、いかなるものであっても本発明の技術的範囲に包含される。

[0073] 例えば、上記実施の形態では単結晶をN領域で育成する場合を例に挙げて説明を行っているが、本発明はこれに限定されず、V領域またはI領域、あるいはOSF領域といった所望の欠陥領域で単結晶を育成することもできる。また、本発明は、シリコン単結晶を製造する場合に好適に用いることができるが、これに限定されるものではなく、化合物半導体単結晶等を製造する場合にも同様に適用することができる。

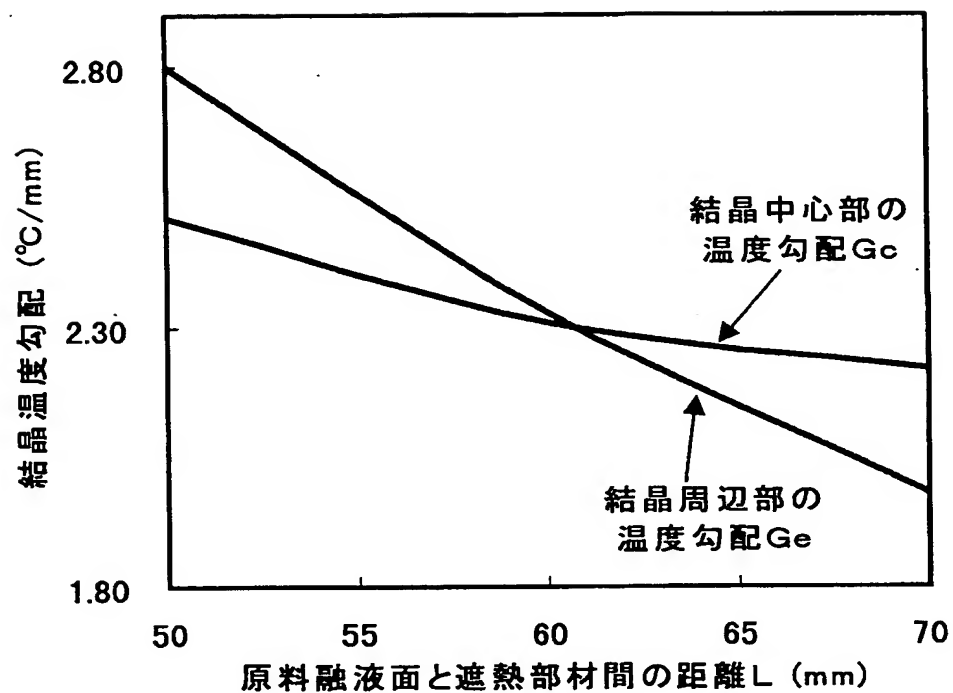
[0074] 尚、本発明の単結晶の製造方法は、必ずしも単結晶直胴部の全長で実施する場合に限られず、一部の長さによって結晶温度勾配 $G_c$ 、 $G_e$ を原料融液面と遮熱部材間の距離を変更することによって制御し、所望の欠陥領域とする場合を含む。特に上記のように、直胴部の前半である肩部から10cmの領域は、引上げ速度や直径が安定しないことがあるので、これが定常状態となり易い直胴部の5cm以降あるいは10cm以降で行うのが好ましい。

## 請求の範囲

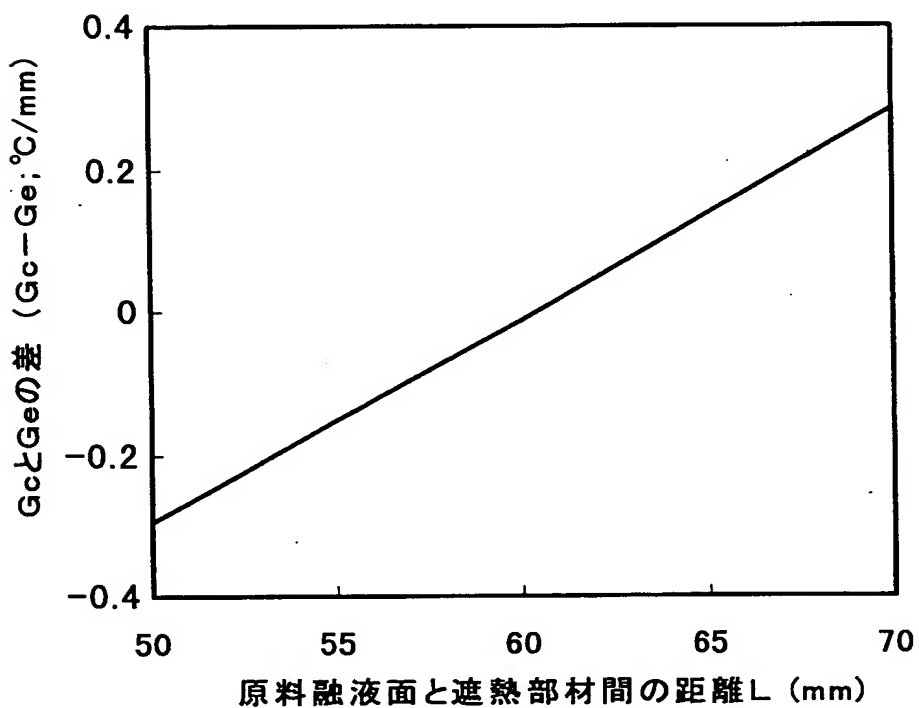
- [1] チョクラルスキー法によってチャンバ内で単結晶を原料融液から引上げて製造する方法において、前記単結晶を育成する際に、前記単結晶の直胴部を成長させるときの引上げ速度を $V$  (mm/min)、結晶中心部の固液界面近傍の結晶温度勾配を $G_c$  (°C/mm)、結晶周辺部の固液界面近傍の結晶温度勾配を $G_e$  (°C/mm) で表したとき、前記結晶中心部の結晶温度勾配 $G_c$  及び結晶周辺部の結晶温度勾配 $G_e$  を前記原料融液の融液面と前記チャンバ内で原料融液面に対向配置された遮熱部材との距離を変更することにより制御して、結晶中心部の温度勾配 $G_c$  と結晶周辺部の温度勾配 $G_e$  との差  $\Delta G = |G_c - G_e|$  が  $0.5^\circ\text{C/mm}$  以下となるようにするとともに、引上げ速度 $V$  と結晶中心部の温度勾配 $G_c$  の比  $V/G_c$  (mm<sup>2</sup>/°C・min) を所望の欠陥領域を有する単結晶が育成できるように制御することを特徴とする単結晶の製造方法。
- [2] 前記引上げ速度 $V$  を一定の値にして単結晶の引上げを行うことを特徴とする請求項1に記載の単結晶の製造方法。
- [3] 前記 $V/G_c$  を、前記育成する単結晶の欠陥領域が径方向の全面にわたって $N$ 領域となるように制御することを特徴とする請求項1または請求項2に記載の単結晶の製造方法。
- [4] 前記原料融液面と遮熱部材との距離を、前記原料融液を収容したルツボの上昇速度を調節して原料融液面の高さを昇降させる及び／または前記遮熱部材の位置を上下に移動させることによって変更することを特徴とする請求項1ないし請求項3のいずれか一項に記載の単結晶の製造方法。
- [5] 前記原料融液面と遮熱部材との距離を30mm以上とすることを特徴とする請求項1ないし請求項4のいずれか一項に記載の単結晶の製造方法。

- [6] 前記原料融液面と遮熱部材との距離を、予め試験を行って求めた変更条件に従って自動的に変更することを特徴とする請求項1ないし請求項5のいずれか一項に記載の単結晶の製造方法。
- [7] 前記原料融液面と遮熱部材との距離を変更する変更条件を、単結晶の製造バッチ間で調節することを特徴とする請求項1ないし請求項6のいずれか一項に記載の単結晶の製造方法。
- [8] 前記製造する単結晶をシリコン単結晶とすることを特徴とする請求項1ないし請求項7のいずれか一項に記載の単結晶の製造方法。
- [9] 請求項1ないし請求項8のいずれか一項に記載の単結晶の製造方法により製造された単結晶。

[図1]

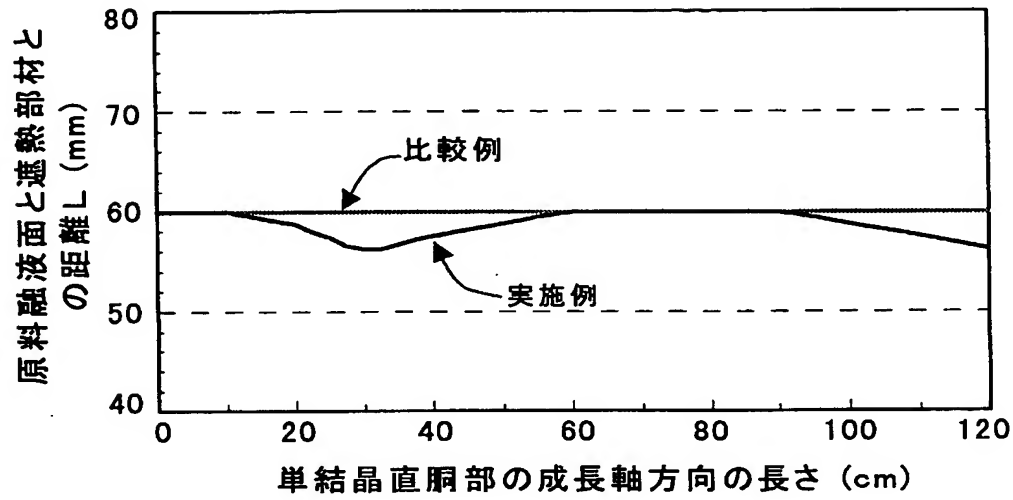


[図2]

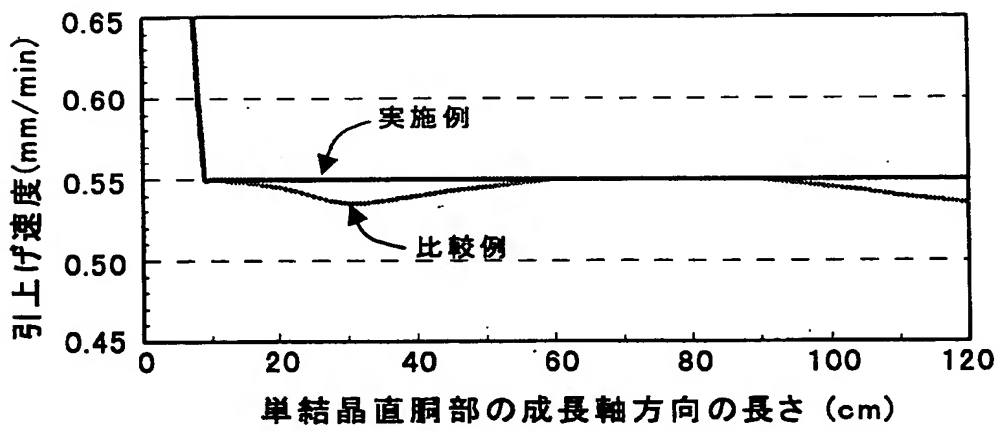




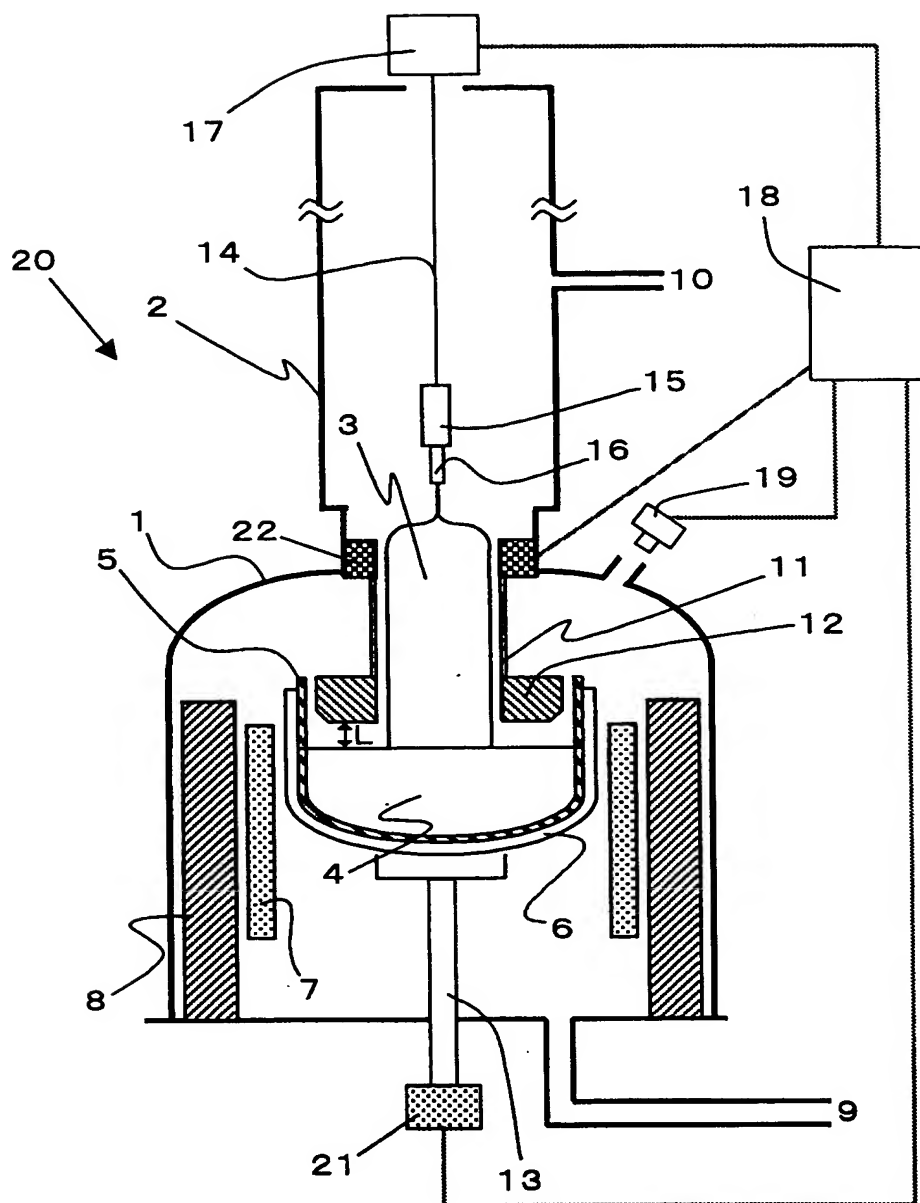
[図3]



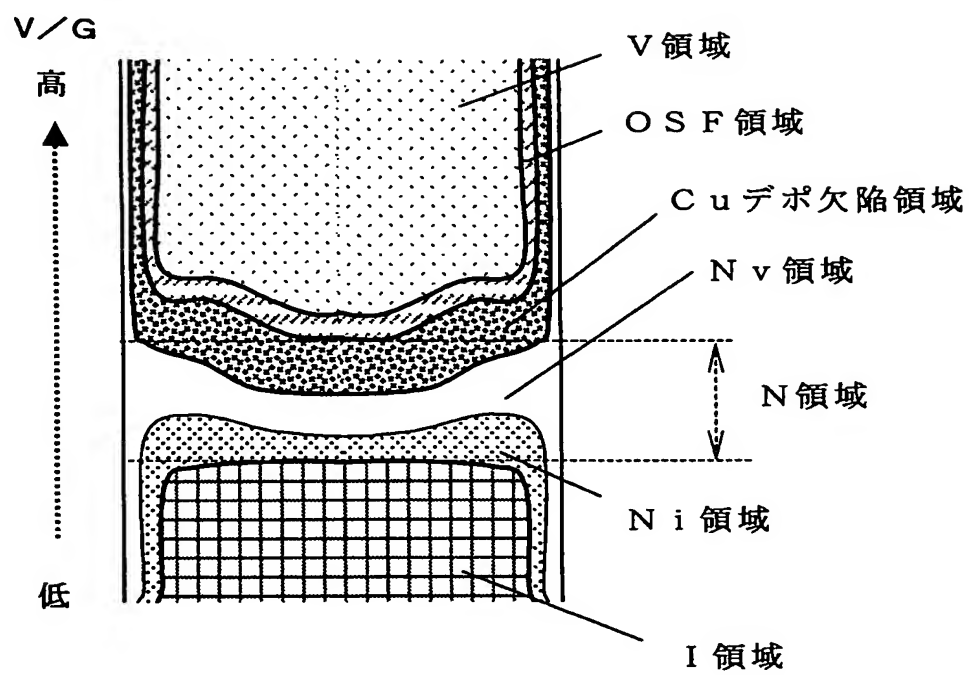
[図4]



[図5]



[図6]



# INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2004/007349

## A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

Int.Cl<sup>7</sup> C30B29/06, C30B15/20

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

## B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

Int.Cl<sup>7</sup> C30B29/06, C30B15/20

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Jitsuyo Shinan Koho 1926-1996 Toroku Jitsuyo Shinan Koho 1994-2004

Kokai Jitsuyo Shinan Koho 1971-2004 Jitsuyo Shinan Toroku Koho 1996-2004

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

WPI, Elsevier

## C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	JP 2002-57160 A (Shin-Etsu Handotai Co., Ltd.),	1
Y	22 February, 2002 (22.02.02), Claims; page 4, Par. No. [0022] to page 5, Par. No. [0031]; Fig. 6 & WO 2002/015253 A1	2, 4-9
Y	JP 2000-313691 A (KDK Corp.), 14 November, 2000 (14.11.00), Claims; page 2, Par. No. [0006] to page 3, Par. No. [0007]; page 6, Par. Nos. [0042] to [0047]; Fig. 4 & US 6458203 B1	2, 4-9

☒ Further documents are listed in the continuation of Box C.

☐ See patent family annex.

\* Special categories of cited documents:

"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

"E" earlier application or patent but published on or after the international filing date

"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)

"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art

"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search  
09 August, 2004 (09.08.04)

Date of mailing of the international search report  
24 August, 2004 (24.08.04)

Name and mailing address of the ISA/  
Japanese Patent Office

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.

## INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2004/007349

## C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	US 5919302 A1 (MEMC Electronic Materials, Inc.), 06 July, 1999 (06.07.99), Full text & WO 98/045507 A1 & EP 0972094 A & JP 2000-513696 A	1-9

## A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (IPC))

Int.Cl7C30B29/06, C30B15/20

## B. 調査を行った分野

調査を行った最小限資料 (国際特許分類 (IPC))

Int.Cl7C30B29/06, C30B15/20

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

日本国実用新案公報	1926-1996
日本国公開実用新案公報	1971-2004
日本国登録実用新案公報	1994-2004
日本国実用新案登録公報	1996-2004

国際調査で使用した電子データベース (データベースの名称、調査に使用した用語)

WPI, Elsevier

## C. 関連すると認められる文献

引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
X Y	JP 2002-57160 A (信越半導体株式会社), 2002. 02. 22, 特許請求の範囲, 第4頁段落【0022】-第5頁段落【0031】, 【図6】 & WO 2002/015253 A1	1 2, 4-9
Y	JP 2000-313691 A (コマツ電子金属株式会社), 2000. 11. 14, 特許請求の範囲, 第2頁段落【0006】-第3頁段落【0007】, 第6頁段落【0042】-【0047】, 【図4】 & US 6458203 B1	2, 4-9
A	US 5919302 A1 (MEMC Electronic Materials, Inc.), 1999. 07. 06, 全文 & WO 98/045507 A1 & EP 0972094 A & JP 2000-513696 A	1-9

☐ C欄の続きにも文献が列挙されている。☐ パテントファミリーに関する別紙を参照。

## \* 引用文献のカテゴリー

「A」 特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの  
「E」 国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの  
「L」 優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献 (理由を付す)  
「O」 口頭による開示、使用、展示等に言及する文献  
「P」 国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願

の日の後に公表された文献  
「T」 国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの  
「X」 特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの  
「Y」 特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの  
「&」 同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日

09. 08. 2004

国際調査報告の発送日

24. 8. 2004

国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁 (ISA/JP)  
郵便番号100-8915  
東京都千代田区霞が関三丁目4番3号

特許庁審査官 (権限のある職員)

新居田 知生

4G

8618

電話番号 03-3581-1101 内線 6781